

文章编号:1009-6825(2006)05-0167-02

分光光度法测水中余氯

殷 玥 薛明霞 尹玲玲

摘 要:介绍了用双硫脲分光光度法测定水中余氯的新方法,阐述了其测定试验过程,根据试验结果显示,其结论符合国家标准,表明该方法可用于自来水等样品中余氯含量的测定,结果比较准确。

关键词:余氯,分光光度法,氯浓度,溶液

中图分类号:TU991.2

文献标识码:A

引言

余氯主要存在于饮用水中,自来水中加氯使得自来水的卫生得以确保,使得全球数以亿计人口的健康得到保障,水中加氯的消毒方式成为本世纪一项重要的公共卫生成就。虽然加氯消毒有许多好处,但科学家也发现不少的问题和不完善的地方。首先,水中的余氯会影响水的口感和气味,特别刺激的气味使得水的品质大打折扣。其次,余氯会和水中一些化合物发生反应,会对人体造成一定程度的致癌作用。因此,水中余氯的测定在供水处理中是一个重要的检测项目。我国生活饮用水标准 GB 5749-85 中规定水中游离性余氯的浓度控制在 0.05 mg/L~0.5 mg/L。

1 分析方法

余氯经典的测定方法要求应该在采集现场立即进行测定,并且自始至终避免强光、振摇和温热。根据实验条件选择双硫脲分光光度法测定水中余氯,该方法配置简便,操作简单,稳定性好,线性范围较宽,灵敏度高,无干扰因素,试剂成本低,可应用于自来水等样品的测定。

2 实验方法

溶液中余氯含量的测定方法有多种,现研究的是一种间接测

定方法。根据在含氯的水中加入锌粉,使其生成 Cl^- 和 Zn^{2+} ,再用双硫脲四氯化碳溶液络合萃取水溶液中的 $\text{Zn}(\text{II})$, $\text{Zn}(\text{II})$ 与双硫脲的络合物在 CCl_4 中呈红色,用分光光度计在最大吸收波长处测定吸光度,由溶液的吸光度和浓度关系就可以知道 $\text{Zn}(\text{II})$ 浓度,进一步可以得到 Cl_2 的含量。操作步骤:用移液管移取定量 $10 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\text{Zn}(\text{II})$,置于 25 mL 分液漏斗中,用蒸馏水稀释至刻度,加入 $\text{pH}=4.75\text{NaAc}-\text{HAc}$ 缓冲液 5 mL;加 0.002% 双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振荡 2 min,静置分层后,漏出下面有机相,放在 0.5 cm 比色皿中,以未加 $\text{Zn}(\text{II})$ 的空白作参比,在波长 537 nm 处测定吸光度。

3 实验与结论

3.1 制造氯水

自制氯水,稀释至足够小浓度后,用显色剂分光光度法测定吸光度,利用吸光度—浓度关系计算出氯水中余氯的含量。

3.2 计算公式^[1]

$$C_0 = 71CV' / 65V, C = A / 1.58。$$

式中: C_0 ——样品中氯的浓度;

V' ——被测样品稀释测定时的体积;

3 电梯定货时的一些注意事项

电梯定货合同,主要包含电梯的价格、型号、规格、产地、付款方式,交接地点和方式,违约责任,售后服务等合同条款。必须有电梯技术规格附件,应明确电梯用途(或名称、型号、规格及数量),额定载重量(或乘客人数),电梯速度、控制方式、提升高度和层站站数,开门形式(含开门宽度、高度及方向、门套结构),电梯装饰要求,拖动系统,主机位置,厅门级号,电源,其他功能,还应有一份电梯井道有关建筑设计图纸或资料(含井道尺寸,顶层高度、提升高度、底坑深度等)经双方协商确认,作为订货的原始依据。还有电扶梯安装验收的合同。

根据合同的签订与实施过程中的体会,除了以上这些电梯订货的必要条款外,还应注意以下事项:

- 1)应明确与电梯安装有关的土建问题,即:电梯井道、机房、门洞、呼唤按钮、牛腿、吊钩等的预埋预留和安装后的修补责任。
- 2)明确电梯安装调试的电源、仓库和工人住房的提供及安装脚手架的搭拆责任等。
- 3)明确电梯轿厢内安装摄像头的留孔,明确摄像头专用的电源电缆和视频电缆的提供和安装。
- 4)如大楼电梯纳入 BAS 管理控制系统,应明确其提供满足 BAS 系统要求的接点。
- 5)电梯的基本功能和其他功能应符合现行的国家标准和电梯技术条件规定,其中基本功能已包含在电梯控制系统中。客户订货选择功能和特殊设计选择功能在订货时要按需而订,如电梯自发电控制功能、停电时的自平层装置,火警时电梯“消防回归”与“消防员专用”功能、上下班运行功能等选择。要明确紧急电源和紧急消防“返回”首层紧急电源的提供方。

The selection of control mode of elevator and purchase ways

QIU Qing-quan

Abstract: Taking practical work in Fuzhou Zhidi square as example the type selection and purchasing process of elevator are introduced as well as the determination of control mode and stop ways. The problems deserving attention in ordering process are also mentioned in order to ensure the reasonable design and construction of elevator.

Key words: elevator, control mode, stop way, contract for goods

收稿日期:2005-09-11

作者简介:殷 玥(1981-),女,长安大学环境工程与科学学院硕士研究生,陕西 西安 710064

薛明霞(1983-),女,长安大学环境工程与科学学院硕士研究生,陕西 西安 710064

尹玲玲(1978-),女,长安大学环境工程与科学学院硕士研究生,陕西 西安 710064

V——被测样所取体积；

C——被测样稀释后溶液中锌离子的浓度；

A——被测样稀释后的浓度对应的双硫脲锌的吸光度值。

3.3 Zn(II)标准溶液的配制

称取锌粉(90.0%)1.000 0 g置于烧杯中,加入 20 mL 1:1 的盐酸溶解,然后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含有 Zn(II) 1 mg。移取此溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含有 Zn(II) 10 μg 。

3.4 吸收曲线的绘制

吸取 0.5 mL(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)Zn(II)溶液于 25 mL 分液漏斗中,加蒸馏水稀释至刻度,再依次加入 5 mL NaAc-HAc(pH=4.75)缓冲液,10 mL 0.002% 双硫脲四氯化碳溶液,振荡 2 min,静置,以不加 Zn(II)溶液的空白作参比,将萃取液置于 1 cm 比色皿中,改变波长连续测定吸光度,就能得到波长与吸光度的关系,吸收曲线如图 1 所示。

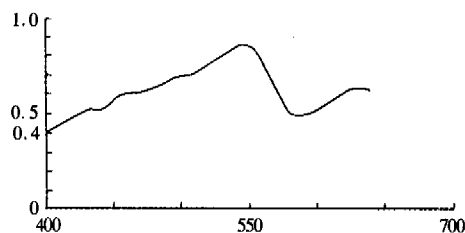


图 1 双硫脲—双硫脲 Zn(II)吸光度—波长曲线

由吸收曲线可知,双硫脲—双硫脲 Zn(II)的最大吸收波长为 537 nm 和 617 nm,故选用 537 nm 来测定波长。

3.5 标准工作曲线

吸取 0 mL, 0.20 mL, 0.40 mL, 0.60 mL, 0.80 mL, 1.00 mL (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)Zn(II)溶液分别放入 25 mL 分液漏斗中,加水稀释至刻度,分别加 5 mL 的 NaAc-HAc 缓冲液,10.0 mL 0.002% 双硫脲四氯化碳溶液,振荡 2 min,静置,以不加 Zn(II)的空白作参比,在 537 nm 下测定萃取液的吸光度。分析结果见表 1。

表 1 不同浓度双硫脲 Zn(II)吸光度

V/mL	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度①	0.126	0.254	0.358	0.475	0.584
吸光度②	0.110	0.205	0.300	0.405	0.515
吸光度③	0.126	0.254	0.358	0.490	0.602

由所测数据得到以下方程: $A_{①} = 1.49C_{①}(\text{mg}/\text{L}) + 0.01$;
 $A_{②} = 1.25C_{②}(\text{mg}/\text{L})$; $A_{③} = 1.58C_{③}(\text{mg}/\text{L})$ 。其计算结果相近,经过计算发现 $A_{③} = 1.58C_{③}(\text{mg}/\text{L})$ 更接近以下的实验,所以,实验数据都用该方程处理。

3.6 测定时间的选择

双硫脲不溶于水,容易溶解于 CCl_4 ,溶液呈现绿色,由于 CCl_4 是粘稠性液体,不能用蒸馏水清洗,亦不能用洗液洗,否则会使洗液失去重复利用的功效,造成很大的浪费。而 CCl_4 易溶于乙醇,所以每次测定之前可用少量 95% 的乙醇溶液清洗比色皿和烧杯,但乙醇的存在又会使萃取液的吸光度不稳定,实验表明,将待测定萃取液置于比色皿中放置 20 min 左右,其吸光度基本稳

定。结果见表 2。

表 2 吸光度—时间关系

时间/min	0	5	10	15	20	25	30
样品一	0.28	0.205	0.146	0.140	0.133	0.134	0.134
样品二	0.42	0.395	0.375	0.355	0.345	0.345	0.346

3.7 水中含氧及反应时间对结果的影响

分别取 5 mL 氯水氯标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)放入四个 25 mL 试管中,加蒸馏水稀释至刻度,加入足量的锌粉,振荡 2 min 使其充分反应。然后进行过滤,分别取滤液 2 mL 置于 25 mL 分液漏斗中,加水稀释至刻度,分别加 5 mL 的 NaAc-HAc 缓冲液,10.0 mL 0.002% 双硫脲四氯化碳溶液,振荡 2 min,静置,以不加 Zn(II)的空白作参比,在 537 nm 下测定萃取液的吸光度。分析结果见表 3。由表 3 可知,水中含有的氧气也会使锌氧化,从而影响最终的测定,所以测定前必须对水样进行去氧处理^[2,3]。

表 3 水中含氧及反应时间对结果的影响

序列	0	1	2	3	4	5
溶液	参比	蒸+Zn	氯胺 T+Zn	氯胺 T+Zn	氯胺 T+Zn	氯胺 T+Zn
反应时间/min		0	5	10	15	20
吸光度		0.196	0.280	0.295	0.325	0.355
浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$		0.036	0.094	0.104	0.125	0.145

3.8 线性范围和灵敏度

改变氯标准工作液的(10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)的加入量,配置一系列不同浓度的氯标准溶液,加入足量的锌粉充分反应后,以吸光度对氯标准溶液浓度 C 作线性回归。测得结果见表 4。根据所测数据可得回归方程 $A = 1.58C(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$;相关系数 $\gamma = 0.996$ 。氯浓度在 0.15 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ~1.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内服从比尔定律。

表 4 吸光度—氯浓度关系

浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	10							
加入量 V/mL	0.2	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	4.5	5.0
吸光度	0.125	0.330	0.510	1.105	1.286	2.500	2.509	2.515
氯浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0.08	0.2	0.4	0.8	1.2	1.6	1.8	2

4 结语

本实验在分光光度法测定锌的基础上,利用锌与氯水的反应建立了间接测定水中余氯的方法^[4]。根据此法测得西安南郊自来水中的氯含量为 0.22 mg/L,符合国家标准。得出氯浓度在 0.16 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ~1.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内服从比尔定律。回归方程为 $A = 1.58C(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$;检测限 $C_{LD} = 0.016 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$,该方法可用于自来水等样品中余氯含量的测定,结果比较准确。

参考文献:

- [1]王静斌.水中余氯现场快速测定方法研究[J].环境污染与防治,2002,24(24):222-223,235.
- [2]孟祥萍,张霞.甲基橙分光光度法快速测定饮用水中余氯的方法探讨[J].中国公共卫生,1996,12(3):128-129.
- [3]曹连城.DPD 光度法测定水中余氯[J].环境工程,2003,21(1):65-66.
- [4]李建鄂.水中余氯测定新方法研究[J].四川师范大学学报(自然科学版),1994,17(6):85-89.

Application of spectrophotometry in measurement of residual chlorine in water

YIN Yue XUE Ming-xia YIN Ling-ling

Abstract: The new method utilizing dithionite spectrophotometry to measure the residual chlorine in water is introduced as well as practical measurement procedure. Test shows measurement results meet the requirements of national standards and this method can be use for residual chlorine measurement of drinking water and other samples.

Key words: residual chlorine, spectrophotometry, concentration of chlorine, solution